

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

KL. 39 b 27

DEUTSCHES PATENTAMT



INTERNAT. KL. C 03 c

E6

AUSLEGESCHRIFT 1115452

P 19431 IVd/39b

Jetzt Kl. 32b, 37/10

Pat. Bl. v. 8.2.62

Neues

Aktz.:

P-19431 IVd/32b

ANMELDETAG: 7. OKTOBER 1957

BESANNIMACHUNG

DER ANMELDUNG

UND AUSGABE DER

AUSLEGESCHRIFT: 19. OKTOBER 1961

1

Sicherheitsverbundglas

Es ist bekannt, Polyester aus Glykolen und Cyclohexan-1,4-dicarbonsäuren, gegebenenfalls im Gemisch mit Terephthalsäure, oder Polyester aus Glykolen und einem Gemisch von acyclischen Dicarbonsäuren und Terephthalsäure als Zwischenschichten für Sicherheitsglas zu verwenden.

Gewöhnlich besteht aber das Sicherheitsglas, dessen hauptsächlichster Verwendungszweck die Verglasung von Fahrzeugen ist, aus zwei Glasplatten, die durch eine Zwischenschicht von Polyvinylbutyralharz zu einem Verbundkörper zusammengefügt sind. Auf diese Art von Verbundglas bezieht sich die vorliegende Erfindung. Die Dicke der Glasschichten beträgt normalerweise etwa 3,2 mm, diejenige der Harzzwischenschicht 0,4 mm. Auf Grund der gesteigerten Geschwindigkeit der modernen Fahrzeuge und dem zunehmenden Verkehr wird die Gefahr immer größer, daß das bisher bekannte Sicherheitsglas bricht, wenn durch die Wucht eines Aufpralls die im Fahrzeug Sitzenden gegen das Sicherheitsglas geworfen werden. Ein Umherfliegen von Splintern und Glasstücken ist zwar beim Brechen des modernen Sicherheitsglases wirksam unterbunden, aber der Kopf oder ein anderer Körperteil einer gegen das Sicherheitsglas geworfenen Person kann das Glas durchstoßen. Dabei können gezackte Glasfragmente, die an der Harzzwischenschicht haften, tödliche oder mindestens schwere Verletzungen verursachen. Untersuchungen von Kraftfahrzeugunfällen haben die Häufigkeit solcher Vorfälle erwiesen. Zur Verstärkung des Sicherheitsglases ist eine gewisse Elastizität an Stelle einer Härte erforderlich, so daß beim Auftreffen des menschlichen Schädels auf das Sicherheitsglas eine Verminderung der Wirkung des Aufpralls erfolgt.

Das erfindungsgemäße Sicherheitsverbundglas besitzt eine erhöhte Bruchfestigkeit. Diese Erhöhung der Bruchfestigkeit erfolgt durch eine elastische, Bewegungsenergie aufnehmende Schicht. Eine besondere Ausführungsform der Erfindung richtet sich auf ein für Windschutzscheiben von Kraftfahrzeugen geeignetes Sicherheitsglas, das fünf Schichten aufweist, deren eine aus biaxial orientiertem Polyäthylenglykoltterephthalat besteht. Eine andere Ausführungsform betrifft ein für Windschutzscheiben von Kraftfahrzeugen geeignetes dreischichtiges Sicherheitsglas, dessen eine Schicht aus biaxial orientiertem Polyäthylenglykoltterephthalat besteht.

Das Sicherheitsverbundglas gemäß der Erfindung aus Glas und Polyvinylbutyral ist dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich eine zur Verbesserung der Haftfestigkeit in an sich bekannter Weise oberflächlich vorbehandelte, aus biaxial orientiertem Polyäthylenglykoltterephthalat bestehende Schicht mit der Polyvinylbutyralharzschicht verbunden ist. Nach einer Ausführungsform der Erfindung ist eine Seite einer Polyvinylbutyralharzschicht mit der Polyäthylenglykoltterephthalatschicht und ihre andere Seite mit einer Glasschicht verbunden. Eine besonders gute Ausführungsform weist fünf Schichten auf und ist dadurch gekennzeichnet, daß die beiden Seiten der die Mittelschicht darstellenden Polyäthylenglykoltterephthalatschicht mit je einer Polyvinylbutyralharzschicht verbunden sind, welche ihrerseits mit je einer Glasschicht als Außenschicht verbunden sind.

Die Schichten des Verbundkörpers können bei bestimmten Ausführungsformen der Erfindung unterschiedliche Stärke haben. Zum Beispiel kann die Polyäthylenglykoltterephthalatschicht sehr dünn (0,013 mm) oder dick (0,254 mm oder mehr) sein, was von der gewünschten Erhöhung der Bruchfestigkeit abhängt, wenn auch für die meisten Anwendungszwecke auf dem Kraftfahrzeugsektor 0,02 bis 0,13 mm die bevorzugte Stärke darstellen. In gleicher Weise können die Schichten aus dem Polyvinylbutyralharz und die Glasplatten unterschiedliche Dicke haben, wenn auch für Kraftfahrzeugzwecke die Stärke der Harzschichten vorzugsweise 0,25 bis 2,54 mm und des Glases 1,59 bis 6,35 mm beträgt. Für andere Anwendungszwecke, wie kugelsichere Fensterscheiben, Industrieausrüstungen, Gastüren, Tafeln für Glaskonstruktionen und Schutzhelme, kann die Stärke der verschiedenen Bestandteile des Verbundkörpers je nach dem Verwendungszweck den bevorzugten Bereich über- oder unterschreiten.

109 709/437

Anmelder:

E. I. du Pont de Nemours and Company,
Wilmington, Del. (V. St. A.)

Vertreter: Dr.-Ing. W. Abitz, Patentanwalt,
München 27, Gaußstr. 6

Beanspruchte Priorität:

V. St. v. Amerika vom 18. Oktober 1956 (Nr. 616 619)

Wilbert Lee Gore, Newark, Del.,
Alva Lewis Herman und Stanley Hiram Munger,
Wilmington, Del. (V. St. A.),
sind als Erfinder genannt worden

2

1 115 452

3

Es ist ziemlich schwierig, eine gute Haftung zwischen Polyäthylenglykolteterephthalat und Polyvinylbutyral zu erzielen. Nach der bevorzugten Arbeitsweise, bei welcher man die beste Haftfestigkeit erhält, wird die Fläche des Polyäthylenglykolteterephthalates eine ausreichende Zeit direkt mit einer Gasflamme in Kontakt gebracht, um ihre Oberflächeneigenschaften zu ändern, jedoch nicht so lange, daß die Dimensionen des Materials verändert werden. Das allgemeine Verfahren und eine Vorrichtung zu dieser Flammbehandlung sind für Polyäthyl in den USA-Patentschriften 2 632 921, 2 648 097, 2 683 894 und 2 704 382 beschrieben. Eine wertvolle Abänderung dieser Verfahren besteht darin, daß man den Film oder die Platte zwei- oder mehrmals der direkten Einwirkung der Flamme unterwirft, und zwar jedesmal kürzere Zeit, als wenn der Film oder die Platte der Flammeneinwirkung nur einmal unterworfen wird.

Es gibt andere bekannte Verfahren, um die Flächen von z. B. Polyäthylengegenständen so zu behandeln, daß sie bedruckt werden können oder einen Klebstoff annehmen, aber die meisten dieser Verfahren scheinen, wie die folgenden Versuchsergebnisse zeigen, für Polyäthylenglykolteterephthalat unwirksam zu sein. Darüber hinaus sind andere polymere Stoffe als Material für die Mittelschicht des erfindungsgemäßen Sicherheitsglases untersucht worden, aber keiner dieser Stoffe besitzt die Kombination von optischer Klarheit, Fähigkeit zur festen Bindung an Polyvinylbutyral, Elastizität und Zähigkeit.

Die folgenden Beispiele dienen der Erläuterung der Erfindung:

Beispiel 1

Es wird ein Sicherheitsverbundglas nach der Erfindung hergestellt. Der hierbei verwendete Film aus Polyäthylenglykolteterephthalat wird vor der Einfügung in den Verbundkörper auf beiden Seiten flammbehandelt. Die Flammbehandlung erfolgt, indem man den Polyäthylenglykolteterephthalatfilm auf einer von innen gekühlten, drehbaren Trommel aus rostfreiem Stahl befestigt und dann durch Drehen der Trommel unter einer Reihe ortsfester Gasbrenner hinwegführt. Die Brenner werden mit einem Gemisch von Methan und Luft im Raumverhältnis von etwa 0,110 zu 0,133 gespeist und sind etwa 1 cm von der Filmoberfläche entfernt angeordnet. Der Film wird mit einer linearen Geschwindigkeit von 76 m/Min. durch die Gasflamme geführt.

Die Herstellung des Verbundkörpers erfolgt, indem man seine Bestandteile zusammenfügt und den

4

erhaltenen Schichtkörper zuerst 0,03 Minuten bei 7 kg/cm² und 30°C, dann 0,03 Minuten bei 7 kg/cm² und 60°C und schließlich 0,03 Minuten bei 7 kg/cm² und 90°C preßt und hierauf in einem Autoklav in Öl einbringt und in diesem etwa 7 Minuten bei 16 at und 135°C beläßt. Die physikalischen Eigenschaften der erhaltenen Verbundkörper sind in Tabelle I angegeben.

Tabelle I

Eigenschaft	Fußnote	5schichtiger Verbundkörper mit 0,137 mm starker Mittelschicht aus Polyäthylenglykolteterephthalat	5schichtiger Verbundkörper mit 0,076 mm starker Mittelschicht aus Polyäthylenglykolteterephthalat
Adhäsion, kg	*	3,63 bis 4,08	5,44
Bruchhöhe bei -18°C, m	**	7,32	5,49
Bruchhöhe bei +50°C, m	**	mehr als 15,85	mehr als 15,85
Trübung, %	***	2,0	—

* Die Werte geben die Kraft in Kilogramm an, die notwendig ist, um eine Polyvinylbutyralsschicht von dem die Mittelschicht bildenden Film abzuschälen, d. h. die Haftfestigkeit. Zu dieser Prüfung wurden Proben von 7,6 cm Breite verwendet, die Abstreifkraft wurde mittels eines Kreuzkopfes ausgeübt, der sich mit einer Geschwindigkeit von 25 cm/min. bewegte.

** Die Prüfung erfolgte nach der American Standards Association Test Specification Z 26.1-1950 mit der Ausnahme, daß an Stelle eines Balls von 0,23 kg ein solcher von 0,91 kg verwendet wurde.

*** Die Prüfung erfolgte nach der ASTM-Prüfnorm D 1003.

Zum Vergleich mit den in diesem Beispiel beschriebenen Sicherheitsverbundgläsern werden zwei Kontrollproben nach dem dort beschriebenen Verfahren hergestellt, die jedoch nur aus je zwei Glasschichten und einer Zwischenschicht von 0,381 bzw. 0,762 mm Stärke aus Polyvinylbutyral bestehen, ferner eine 5schichtige Kontrollprobe mit zwei Außenschichten aus Glas, zwei Zwischenschichten von 0,381 mm Stärke aus Polyvinylbutyral und der Mittelschicht von 0,076 mm Stärke aus einem unbehandelten Polykondensationsprodukt von Hexamethyldiamin und Adipinsäure. Die Ergebnisse dieser gemäß Beispiel 1 durchgeführten Vergleichsversuche sind in Tabelle Ia zusammengestellt.

Tabelle Ia

Eigenschaft	3schichtige Kontrollprobe mit 0,381 mm starker Zwischenschicht aus Polyvinylbutyral	3schichtige Kontrollprobe mit 0,762 mm starker Zwischenschicht aus Polyvinylbutyral	5schichtiger Verbundkörper mit 0,076 mm starker Mittelschicht aus einem Polykondensat von Hexamethyldiamin und Adipinsäure
Adhäsion, kg	—	—	1,36 bis 1,81
Bruchhöhe bei -18°C, m	0,91	1,52	—
Bruchhöhe bei +50°C, m	2,44	3,96	—
Trübung, %	weniger als 0,3	0,6	2,5

Bestimmung der Werte siehe Tabelle I

1 115 452

5

Beispiel 2

Es werden 5schichtige Verbundkörper hergestellt, die aus zwei Glasplatten, zwei 0,381 mm starken Polyvinylbutyrschichten und einer Mittelschicht aus Polyäthylenglykolterephthalat bestehen. Die Schichten werden allgemein wie im Beispiel 1 miteinander verbunden, mit der Ausnahme, daß die Verbesserung der Hafteigenschaften durch Behandlung der beiden Flächen der Polyäthylenglykolterephthalatschicht nicht durch Flammbehandlung erfolgt. Die Behandlung erfolgt vielmehr, indem man den Polyäthylenglykolterephthalatfilm bei Raumtemperatur bzw. bei 70°C 30 Sekunden in eine bei Raumtemperatur gesättigte wäßrige Chromsäurelösung taucht, dann wieder herausnimmt, mit destilliertem Wasser wäscht und in einem Luftofen 3 bis 5 Minuten trocknet. Für die Vorbehandlung der Zwischenschicht wird an

6

dieser Stelle kein Schutz begehrt. Die so behandelten Filme werden dann mit den Polyvinylbutyrschichten und den Glasplatten zum Verbundkörper vereinigt und wie im Beispiel 1 auf ihre Adhäsion geprüft. Zu Vergleichszwecken werden zur Vorbehandlung des Polyäthylenglykolterephthalatfilms an Stelle der Chromsäurelösung auch verschiedene andere Flüssigkeiten verwendet. Die Ergebnisse sind in Tabelle II angegeben. Dabei sind die Haftfestigkeitseigenschaften von Verbundkörpern, die eine 0,076 mm starke behandelte Polyäthylenglykolterephthalatschicht besitzen, mit denjenigen von Verbundkörpern verglichen, die unter Verwendung von unbehandelten, 0,025 mm starken Polyäthylenglykolterephthalatschichten hergestellt sind. Die Ergebnisse vieler anderer Versuche haben gezeigt, daß die Stärke der Polyäthylenglykolterephthalatschicht die mit den Verbundkörpern erhaltenen Ergebnisse nicht beeinflußt.

Tabelle II

Behandlungsflüssigkeit	Konzentration	Temperatur der Behandlungsflüssigkeit °C	Adhäsion eines Verbundkörpers, der eine behandelte, 0,076 mm starke Polyäthylenglykolterephthalatschicht enthält** kg	Adhäsion eines Verbundkörpers, der eine unbehandelte, 0,025 mm starke Polyäthylenglykolterephthalatschicht enthält** kg
Salpetersäure	konzentriert	Raumtemperatur	0,41	0,41
Salpetersäure		80	1,59*	0,36
Königswasser		Raumtemperatur	0,50	0,45
Königswasser		70	0,54	0,45
Kaliumpermanganat	bei Raumtemperatur gesättigte Lösung	Raumtemperatur	0,82	0,45
Kaliumpermanganat		70	0,91	0,45
Chromsäure in Wasser		Raumtemperatur	1,81	0,41
Chromsäure in Wasser		70	2,72	0,41
Chromsäure in Schwefelsäure		Raumtemperatur	0,91	0,45
Chromsäure in Schwefelsäure		70	2,27	0,41

* Der Polyäthylenglykolterephthalatfilm wird bei dieser Behandlung verzerrt und schrumpft.

** Die Werte geben die Kraft in Kilogramm an, die notwendig ist, um von dem die Mittelschicht bildenden Film eine Polyvinylbutyralplatte abzuschälen, d. h. die Haftfestigkeit. Die verwendeten Proben waren 7,6 cm breit, die Abziehkraft wurde mittels eines Kreuzkopfes ausgeübt, der sich mit einer Geschwindigkeit von 25 cm/min bewegte.

Diese Ergebnisse zeigen, daß durch Behandlung mit Chromsäure die Festigkeit der Bindung zwischen Polyvinylbutyral und Polyäthylenglykolterephthalat erhöht wird, die anderen Behandlungen jedoch hierfür ungeeignet sind.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Sicherheitsverbundglas mit Schichten aus 55 Glas und Polyvinylbutyral, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich eine zur Verbesserung der Haftfestigkeit in an sich bekannter Weise oberflächlich vorbehandelte, aus biaxial orientiertem Polyäthylenglykolterephthalat bestehende Schicht mit der Polyvinylbutyrschicht verbunden ist.

2. Verbundglas nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die eine Seite einer Polyvinylbutyrschicht mit der Polyäthylenglykolterephthalatschicht und ihre andere Seite mit einer 65 Glasschicht verbunden ist.

3. Verbundglas nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die beiden Seiten der die Mittelschicht darstellenden Polyäthylenglykolterephthalatschicht mit je einer Polyvinylbutyralzwischen-schicht verbunden sind, welche ihrerseits mit je einer Glasschicht als Außenschicht verbunden sind.

4. Verbundglas nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyäthylenglykolterephthalatschicht eine Stärke von etwa 0,02 bis 0,25 mm aufweist.

5. Verfahren zur Herstellung des Sicherheitsverbundglases gemäß Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine mit einer Gasflamme vorbehandelte Polyäthylenglykolterephthalatschicht über die Polyvinylbutyrschicht mit den Glasplatten verpreßt wird.

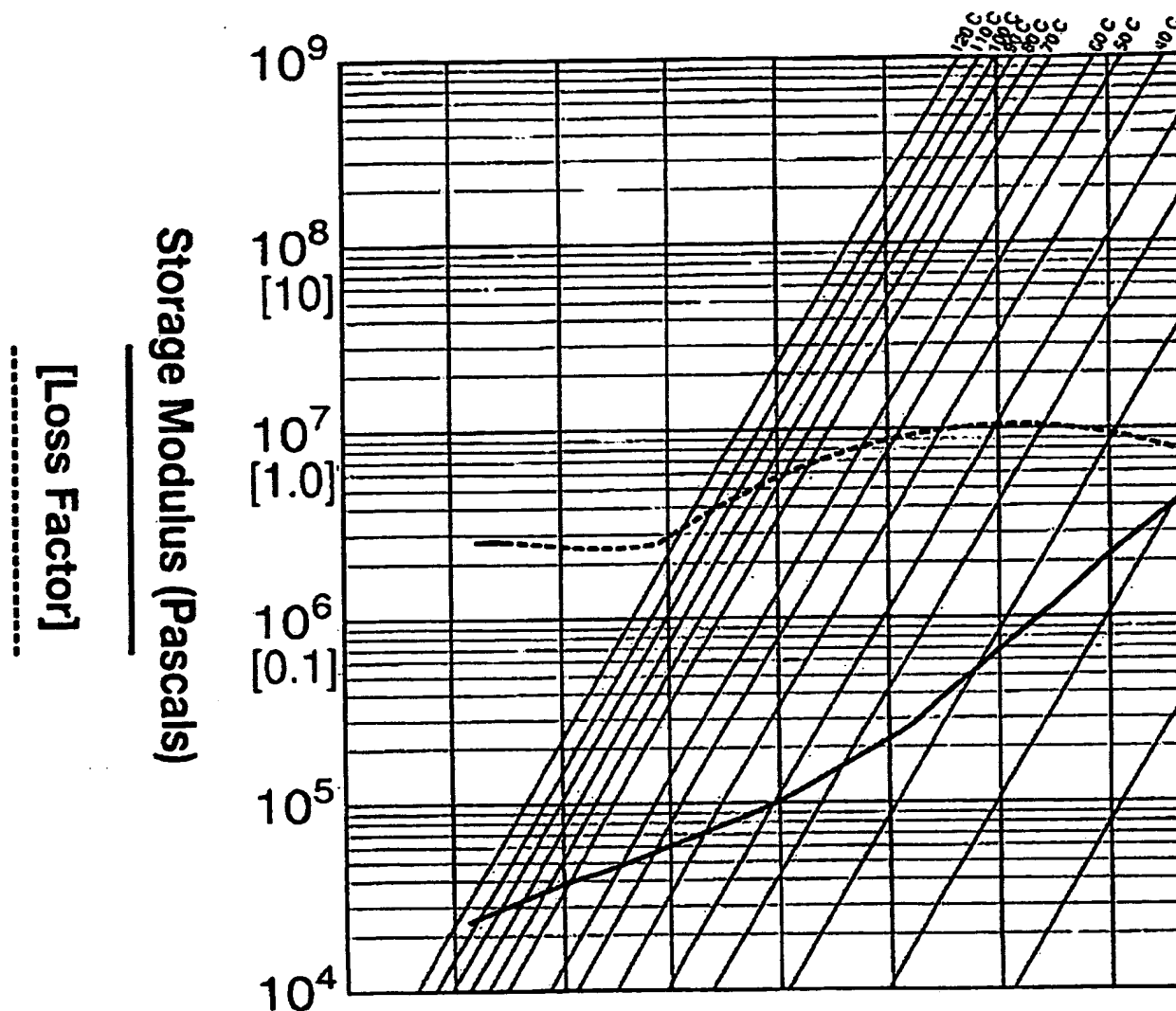
In Betracht gezogene Druckschriften:
USA.-Patentschrift Nr. 2 623 033;
britische Patentschrift Nr. 605 106.

Nomogram for ISD 112

Seite 1 von 1

E7

Nomogram for 3M Scotchdamp ISD-112™

1 Pascal = 1.45×10^{-4} PSI[\[Back to Index of Nomograms\]](#)

Copyright© 2000. All Rights Reserved.
 Send Comments and Suggestions to jkosmatka@ucsd.edu



Affiliated web page of the University of California, San Diego.
 Created and managed by UCSD students, faculty, staff, or affiliates
 but does not necessarily reflect the views of the University or the Regents.